

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-072863

(43)Date of publication of application : 21.03.2001

(51)Int.Cl.

C08L 77/00

B22F 3/00

B22F 3/02

C08K 3/00

C08L 23/02

H01F 1/08

(21)Application number : 11-247633

(71)Applicant : SUMITOMO METAL MINING CO LTD

(22)Date of filing : 01.09.1999

(72)Inventor : KANEKO ISAO
HAYASHI SHINICHI
YOSHIZAWA SHOICHI**(54) COMPOSITION FOR RESIN-BONDED TYPE MAGNET****(57)Abstract:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a composition for resin-bonded type magnet capable of providing a resin-bonded type magnet excellent in magnetic characteristics.

SOLUTION: This composition comprises a magnetic powder containing a rare earth element, a polyamide resin and a polyolefin-based polymer having ≤ 500 average polymerization degree. The polyamide resin preferably has 5,000-15,000 number average molecular weight, and 0-20 mg-eq./kg terminal amino group concentration. The polyamide resin is preferably a nylon homopolymer or a nylon copolymer containing nylon 11 or nylon 12 as the constituent unit.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-72863

(P2001-72863A)

(43) 公開日 平成13年3月21日 (2001.3.21)

(51) Int.Cl.⁷

識別記号

F I

テ-マコ-ト* (参考)

C 0 8 L 77/00

C 0 8 L 77/00

4 J 0 0 2

B 2 2 F 3/00

B 2 2 F 3/00

C 4 K 0 1 8

3/02

3/02

M 5 E 0 4 0

C 0 8 K 3/00

C 0 8 K 3/00

C 0 8 L 23/02

C 0 8 L 23/02

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 8 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号

特願平11-247633

(22) 出願日

平成11年9月1日 (1999.9.1)

(71) 出願人 000183303

住友金属鉱山株式会社

東京都港区新橋5丁目11番3号

(72) 発明者 金子 勲

千葉県市川市中国分3-18-5 住友金属
鉱山株式会社中央研究所内

(72) 発明者 林 真一

千葉県市川市中国分3-18-5 住友金属
鉱山株式会社中央研究所内

(72) 発明者 吉澤 昌一

千葉県市川市中国分3-18-5 住友金属
鉱山株式会社中央研究所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 樹脂結合型磁石用組成物

(57) 【要約】

【課題】 磁気特性の優れた樹脂結合型磁石を与える樹脂結合型磁石用組成物を提供する。

【解決手段】 希土類元素を含む磁石粉末と、ポリアミド樹脂と、ポリオレフィン系重合体からなり、ポリオレフィン系重合体の平均重合度が500以下である樹脂結合型磁石用組成物。ポリアミド樹脂の数平均分子量は、5000~15000であることが好ましく、末端アミノ基濃度は、0~20mg当量/kgであることが好ましく、ナイロン11またはナイロン12の構成単位を含む、ナイロンホモポリマーまたはナイロンコポリマーであることが好ましい。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 希土類元素を含む磁石粉末と、ポリアミド樹脂と、ポリオレフィン系重合体とからなる樹脂結合型磁石用組成物であって、該ポリオレフィン系重合体の平均重合度が 500 以下であることを特徴とする樹脂結合型磁石用組成物。

【請求項 2】 前記ポリアミド樹脂の数平均分子量が 5000～15000 である請求項 1 に記載の樹脂結合型磁石用組成物。

【請求項 3】 前記ポリアミド樹脂の末端アミノ基濃度が 0～20 mg 当量 / kg である請求項 1 または請求項 2 のいずれかに記載の樹脂結合型磁石用組成物。

【請求項 4】 前記ポリアミド樹脂は、ナイロン 11 またはナイロン 12 の構成単位を含む、ナイロンホモポリマーまたはナイロンコポリマーである請求項 1～請求項 3 のいずれかに記載の樹脂結合型磁石用組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、磁気特性に優れた樹脂結合型磁石を得るための組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】フェライト磁石、アルニコ磁石、希土類磁石などの永久磁石は、モーターをはじめとする種々の用途に用いられている。永久磁石の成型による分類の一つに焼結磁石がある。これは磁石粉末を焼き固めたものであるが、焼結法で得られる磁石は一般に脆く、薄肉のものや複雑な形状のものが得難い。また焼結時の収縮が 15～20% と大きいため、直接寸法精度の高いものが得られず、寸法精度を上げるには研磨等の後加工が必要である。

【0003】樹脂結合型磁石は、焼結磁石の欠点を解決すると共に新しい用途をも開拓するもので、ポリアミド樹脂、ポリフェニレンサルファイド樹脂等の熱可塑性樹脂をバインダーとし、これらに磁石粉末を充填したものである。

【0004】しかし、従来の熱可塑性樹脂をバインダーとして射出成形により製造される樹脂結合型磁石は、その成形性、即ち混練時のトルクや組成物の熔融流動性の問題から混合する磁石粉末の質と量に限界があるため、成形後の特性、特に成形が困難とされる複雑異形状製品の磁気特性や透磁率を向上させた樹脂結合型磁石用組成物を得ることができなかった。

【0005】近年、小型モーター、音響機器、OA 機器等に用いられる樹脂結合型磁石は、機器の小型化の要請から複雑形状化が進み、かつ磁気特性に優れたものが要求されている。上記従来の樹脂結合型磁石は成形性が悪く、しかも磁石粉含有量を増やせないためこれらの要求を満たせず、樹脂結合型磁石用組成物の早期改良が望まれていた。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】そこで本発明は、従来の熱可塑性樹脂結合型磁石の欠点を解消し、磁気特性の優れた磁石を与える組成物を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記の目的を達成するために、ポリアミド樹脂の末端アミノ基の変性方法や分子量を変え、また同時に添加するポリオレフィン系重合体の平均重合度を変えて種々の検討を行った結果、ポリアミド樹脂と一定以下の平均重合度をもつポリオレフィン系重合体を用いることで優れた磁気特性、機械強度および熔融流動性を有する樹脂結合型磁石が得られることを見だし本発明を完成した。

【0008】即ち、本発明の樹脂結合型磁石用組成物は、希土類元素を含む磁石粉末と、ポリアミド樹脂と、ポリオレフィン系重合体とからなる樹脂結合型磁石用組成物であって、ポリオレフィン系重合体の平均重合度が 500 以下であることを特徴とする。

【0009】前記ポリアミド樹脂の数平均分子量は、5000～15000 であることが好ましく、また、末端アミノ基濃度は、0～20 mg 当量 / kg であることが好ましい。

【0010】また、前記ポリアミド樹脂は、ナイロン 11 またはナイロン 12 の構成単位を含む、ナイロンホモポリマーまたはナイロンコポリマーであることが好ましい。

【0011】

【発明の実施の形態】本発明で用いる磁石粉末は、少なくとも構成元素中に希土類元素を含む磁石粉末である。希土類-遷移金属系磁石粉末など、通常樹脂結合型磁石成形体に用いられているものが使用できる。例えば、希土類-遷移金属系磁石粉末としては、希土類-鉄-コバルト-硼素系、希土類-鉄-ほう素系、希土類-鉄-窒素系（例えば、Sm-Fe-N 系）、希土類-コバルト系等の磁石粉が挙げられる。

【0012】本発明者らは、磁石粉として上記例示した Nd-Fe-B 系の液体急冷法による合金粉末や、Sm-Fe-N 系の合金粉末を用いると、例えば 90 重量% 以上の高充填化組成物でも容易に成形が可能であり、結果的に優れた磁気特性を有する樹脂結合型磁石が得られることを確認している。特に、非酸化状態の鉄元素を含む磁石粉を用いる場合は本発明の効果が大きく、成形性の著しい向上をはじめ高磁気特性化への割合が著しい。

【0013】液体急冷法によって得られた Nd-Fe-B 系の磁石粉は、鱗片状の特異な形状を有しているため、好ましくはジェットミルやボールミル等で粉碎した方がよい。これら磁石粉末の好ましい粒径は、平均 200 μm 以下であり、より好ましくは平均 100 μm 以下である。

【0014】これらの磁石粉は、勿論そのままの状態で

使用することができるが、混練中、成形中の酸化劣化を極力防ぐためにも種々の表面処理剤で表面被覆を行うことが望ましい。

【0015】表面処理可能な材料としては、シラン系の処理剤としてビニルトリエトキシシラン、γ-アミノプロピルトリエトキシシラン、N-(β-アミノエチル)-γ-アミノプロピルトリメトキシシラン、N-(β-アミノエチル)-γ-アミノプロピルメチルジメトキシシラン、γ-メルカプトプロピルトリメトキシシラン等又、チタン系カップリング剤としてイソプロピルトリイソステアロイルチタネート、イソプロピルトリス(ジオクチルパイロホスフェート)チタネート、イソプロピルトリ(N-アミノエチル-アミノエチル)チタネート、テトラオクチルビス(ジトリデシルホスファイト)チタネート、イソプロピルトリオクタノイルチタネート、イソプロピルジメタクリルイソステアロイルチタネート、イソプロピルトリデシルベンゼンスルフォニルチタネート等や、アルミニウム系カップリング剤としてアセトアルコキシアルミニウムジイソプロピレート等や、燐酸系表面処理剤、クロム酸系表面処理剤、燐酸亜鉛系表面処理剤、燐酸マンガン系表面処理剤、燐酸鉄系表面処理剤、燐酸カルシウム表面処理剤等の燐酸系、燐酸塩系表面処理剤等、の熱可塑性樹脂またはワックスが挙げられる。

【0016】特に、これらの燐酸系表面処理剤、燐酸塩系表面処理剤で事前に磁粉の表面に処理を施し、後工程で組成物とすることで磁気特性の低下を最小限にくい止めることが確認できている。

【0017】また、オルガノシロキサン系表面皮膜、オルガノシロキサン系とオルガノシリカゾルとの混合表面皮膜、オルガノシロキサン系とアクリルモノマーの混合表面皮膜、ポリオルガノシルセスキオキサン(ラダー型オルガノシロキサン系ポリマー)系表面皮膜、ヘキサメチルジシラザン系による表面皮膜等やポリシラザン(ペルヒドロポリシラザン)、酸化珪素等の単独または混合無機皮膜を形成させた磁石粉を使用することでも磁気特性の低下を最小限にくい止めることが確認できている。

【0018】次に、本発明の樹脂結合型磁石用組成物および磁石は、上記磁性粉に加えて平均重合度500以下のポリオレフィン系重合体を添加することを特徴とする。該ポリオレフィン系重合体としては、平均重合度が500以下の物であれば一般的に市販されている物が使用できる。

【0019】例えば、エチレン、プロピレン、ブチレン、ペンテン、ヘプテン、オクテン、メチルペンテン等のポリオレフィン系重合体用の1種もしくは2種以上のモノマーによる重合体が挙げられるが、これらの異なる分子量を有する2種類以上のポリオレフィン系重合体の混合や異なるモノマー単位から構成される2種以上のポ

リオレフィン系重合体の組み合わせで添加しても差し支えない。

【0020】このようなポリオレフィン系重合体としては、例えば、ポリエチレン単重合体、ポリプロピレン単重合体、ポリブチレン単重合体、ポリペンテン単重合体、ポリエチレン-ポリプロピレン共重合体、エチレン-ポリメチルペンテン共重合体、エチレン-酢酸ビニル共重合体、エチレン-エタクリレート共重合体、エチレン-メタクリレート共重合体、部分酸化ポリエチレン重合体等、分子中に主にポリオレフィン系モノマー単位を構成する単独重合体や他のモノマーとの共重合体等が挙げられるが、中でもポリエチレン重合体が最も発明の効果が大きいことを確認している。

【0021】これらのポリオレフィン系重合体の平均重合度は、500以下であることが必須であるが、得られる組成物の成形性を考慮すると300以下が好ましく、より好ましくは100以下である。この平均重合度が500を超えると組成物の成形性が著しく損なわれるために本発明の効果をj得ることができなくなる。

【0022】ここで述べる平均重合度とは、種々の測定法、例えば、JIS K-6760記載のメルトインデックス値からの平均重量分子量換算や、溶液粘度法、氷点降下法、沸点上昇法等で求めた平均重量分子量をそのモノマー分子量で除算した値を指す。

【0023】これらポリオレフィン系重合体の性状は、特に制限を受けることなく一般的なペレット状、顆粒状、粉状、溶媒に溶かした溶液状やエマルジョン状のいずれでも良い。ただ、他の必須成分との混合性、均一分散性を考慮すると顆粒状が粉状が好ましい。これらのポリオレフィン系重合体の組成物に対する添加量は、磁石粉末以外の総有機バインダー量の50wt%以下が望ましく、さらに望ましくは30wt%以下である。もし、添加量が50wt%を超えると、得られる成形体磁石の熱変形温度が著しく低下するだけでなく、磁気特性の低下を招き本発明の効果をj得ることができなくなる。

【0024】また、本発明の樹脂結合型磁石用組成物は、ポリアミド樹脂を用いることを必須とし、該ポリアミド樹脂は特に限定せず一般的に市販されているものを使用することができる。

【0025】このポリアミド樹脂は、例えば、6ナイロン、6,6ナイロン、11ナイロン、12ナイロン、6,12ナイロン、芳香族系ナイロン等が挙げられ、これらの単重合体や他種モノマーとのランダム共重合体、ブロック共重合体、グラフト共重合体、他の物質での末端基変性品などが挙げられる。また、これらの熱可塑性樹脂の2種類以上のブレンド等における系も当然含まれる。

【0026】これらの中では成形性、吸水率の面で11ナイロン、12ナイロンの使用が好ましい。尚、該ポリアミド樹脂は、カルボキシル基含有炭化水素等で末端ア

10

20

30

40

50

ミド基を変性することで加熱混練中や射出成形時の組成物熔融粘度を低くすることが可能となり、より大きな発明の効果を得ることができる。

【0027】この変成後の末端アミド基の残存量は20 mmol/kg以下が好ましく、さらに好ましくは、15 mmol/kg以下で、無に近い程良好な結果を得ることができる。この20 mmol/kgよりも残存末端アミド基量が増すと、一部の磁石粉、特に非酸化状態の鉄元素を含む磁石粉との反応によって、熔融粘度の上昇や流動性の低下を招く場合がある。

【0028】これらの変性に用いるカルボキシル基含有炭化水素としては、酢酸、プロピオン酸、酪酸、吉相酸、ラウリン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘン酸等のモノカルボキシル飽和脂肪酸系、シュウ酸、マロン酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸等のジカルボキシル飽和脂肪酸系、アクリル酸、リノール酸、オレイン酸等のモノカルボキシル不飽和脂肪酸系、マレイン酸、フマル酸等のジカルボキシル不飽和脂肪酸系、安息香酸等の芳香族系モノカルボキシル炭化水素、フタル酸、ナフタレンジカルボン酸等の芳香族系ジカルボキシル炭化水素等が挙げられる。

【0029】その中でも、モノカルボキシル基含有炭化水素が好ましく、さらにはこの炭化水素が脂肪酸であることが好ましい。また、この炭化水素1分子中の構成炭素数は10以上30以下であることが望ましい。炭素数が10以下であると成形性の改善効果が見られず、30以上では熔融粘度の増大を招き、本発明の効果を得ることができない。

【0030】また、このポリアミド樹脂は、末端アミノ基の変成、未変性を問わず平均分子量が5000以上15000以下であることが好ましい。5000以下では成形体強度の低下を招いて実用性に劣る場合があり、15000以上では熔融粘度の上昇による成形性の悪化を招くおそれがある。

【0031】本発明に用いるポリアミド樹脂は、分子量分布が広い方が好ましい。ここで「分子量分布」とは、「重量平均分子量」を「数平均分子量」で除した値である。分子量分布は、例えば2.8以上6程度で成形時の成形性で良い効果が得られることを確認している。

【0032】ポリアミド樹脂の前記分子量や分子量分布（重量平均分子量/数平均分子量）は、慣用の方法、例えば、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー（GPC）等によりもとめることができる。このポリアミド樹脂は、異なる平均分子量や分子量分布を有する2種以上の混合体でも最終使用時の末端アミノ基、平均分子量、分子量分布等が該発明の範囲内に属していれば本発明の効果をもつことができるため、2種以上のポリアミド樹脂を混合調整し用いても良い。

【0033】これらの変性されたポリアミド樹脂の形状は、パウダー、ビーズ、ペレット等特に限定されない

が、磁石粉との均一混合性から考えるとパウダーが望ましい。

【0034】添加する量は、磁石粉100重量部に対して5重量部以上50重量部未満の割合が良く、好ましくは8重量部以上20重量部以下、さらには8重量部以上15重量部以下がより好ましい。ポリアミド樹脂の添加量が磁石粉100重量部に対して5重量部以下の場合、成形性が著しく低下し、所望の樹脂結合型磁石成形することができない。また、添加量が50重量部以上の場合は所望の磁気特性が得られない。

【0035】本発明における組成物は、これらの必須成分のポリオレフィン系重合体やポリアミド樹脂の他にも種々の樹脂、プラスチック成形用滑剤や種々の安定剤等を添加することができる。

【0036】本発明の組成物に添加可能なポリアミド樹脂以外の樹脂としては、ポリエチレンテレフタレート樹脂、ポリブチレンテレフタレート樹脂、ポリアセタール樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリフェニレンオキサイド樹脂、ポリアリレート樹脂、ポリスルホン樹脂、ポリアミドイミド樹脂、ポリフェニレンサルファイド樹脂、酢酸セルロース、酢酸セルロース、ポリスチレン樹脂、ポリブタジエン樹脂、ポリアクリロニトリル樹脂、スチレン-ブタジエン共重合樹脂、スチレン-アクリロニトリル共重合樹脂、アクリロニトリル-ブタジエン-スチレン共重合樹脂、アクリレート-スチレン-アクリロニトリル樹脂、塩素化ポリエチレン-アクリロニトリル-スチレン共重合樹脂、ポリ塩化ビニル樹脂、ポリ塩化ビニリデン樹脂、ポリ酢酸ビニル樹脂、ポリメチルメタクリレート樹脂、ポリブチルメタクリレート樹脂、ポリテトラフロロエチレン樹脂、エチレン-ポリテトラフロロエチレン共重合樹脂等が挙げられる。

【0037】滑剤としては、例えばパラフィンワックス、流動パラフィン、ポリエチレンワックス、ポリプロピレンワックス、エステルワックス、カルナウバ、マイクロワックス等のワックス類、ステアリン酸、1,2-オキシステアリン酸、ラウリン酸、パルミチン酸、オレイン酸等の脂肪酸類、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸バリウム、ステアリン酸マグネシウム、ステアリン酸リチウム、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸アルミニウム、ラウリン酸カルシウム、リノール酸亜鉛、リノール酸カルシウム、2-エチルヘキソイン酸亜鉛等の脂肪酸塩（金属石鹸類）ステアリン酸アミド、オレイン酸アミド、エルカ酸アミド、ベヘン酸アミド、パルミチン酸アミド、ラウリン酸アミド、ヒドロキシステアリン酸アミド、メチレンビスステアリン酸アミド、エチレンビスステアリン酸アミド、エチレンビスラウリン酸アミド、ジステアリルアジピン酸アミド、エチレンビスオレイン酸アミド、ジオレイルアジピン酸アミド、N-ステアリルステアリン酸アミド等脂肪酸アミド類、ステアリン酸ブチル等の脂肪酸エステル、エチレングリコール、

10

20

30

40

50

ステアリルアルコール等のアルコール類、グリセリンモノラウレート、グリセリンモノパルミテート、グリセリンモノステアレート、グリセリンモノオレート、グリセリンモノ・ジステアレート、グリセリンモノベヘネート、グリセリンジアセトモノラウレート、クエン酸不飽和脂肪酸モノグリセライド、ジグリセリンラウレート、ジグリセリンステアレート、テトラグリセリンステアレート、デカグリセリンラウレート等のグリセリン系化合物、またはグリセリン系脂肪酸エステル化合物、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、ポリテトラメチレングリコール、及びこれら変性物からなるポリエーテル類、ジメチルポリシロキサン、シリコングリース等のポリシロキサン類、弗素系オイル、弗素系グリース、含弗素樹脂粉末といった弗素化合物、窒化珪素、炭化珪素、酸化マグネシウム、アルミナ、二酸化珪素、二硫化モリブデン等の無機化合物粉体が挙げられる。

【0038】また、安定剤としては、ビス(2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)セバケート、ビス(1, 2, 2, 6, 6-ペンタメチル-4-ピペリジル)セバケート、1-[2-{3-(3, 5-ジ-第三ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオニルオキシ}エチル]-4-{3-(3, 5-ジ-第三ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオニルオキシ}-2, 2, 6, 6-テトラメチルピペリジン、8-ベンジル-7, 7, 9, 9-テトラメチル-3-オクチル-1, 2, 3-トリアザスピロ[4, 5]ウンデカン-2, 4-ジオン、4-ベンゾイルオキシ-2, 2, 6, 6-テトラメチルピペリジン、こはく酸ジメチル-1-(2-ヒドロキシエチル)-4-ヒドロキシ-2, 2, 6, 6-テトラメチルピペリジン重縮合物、ポリ[[6-(1, 1, 3, 3-テトラメチルブチル)イミノ-1, 3, 5-トリアジン-2, 4-ジイル][(2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)イミノ]ヘキサメチレン[[2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)イミノ]]、2-(3, 5-ジ-第三ブチル-4-ヒドロキシベンジル)-2-n-ブチルマロン酸ビス(1, 2, 2, 6, 6-ペンタメチル-4-ピペリジル)等のヒンダード・アミン系安定剤のほか、フェノール系、ホスファイト系、チオエーテル系等の抗酸化剤等が挙げられる。

【0039】上記の他、酸化チタン等の無機顔料や有機顔料、プラスチック用各種改質剤、相溶化剤等を適宜必要に応じて添加しても差し支えない。

【0040】本発明において、これら各成分の混合方法は特に限定されず、例えばリボンブレンダー、タンブラー、ナウターミキサー、ヘンシェルミキサー、スーパーミキサー等の混合機あるいは、パンバリーミキサー、ニーダー、ロール、ニーダールーダー、単軸押出機、二軸押出機等の混練機を使用して実施することができる。

【0041】本発明の組成物は、各成分を混合し、パウ

ダー、ビーズ、ペレットあるいはこれらの混合物の形で得られるが、取扱安い点で、ペレットが望ましい。得られた組成物は、各種の熱可塑性樹脂成形機、好ましくは射出成形機、押出成形機により成形される。

【0042】

【実施例】以下実施例及び比較例を挙げて本発明をより具体的に説明する。尚、実施例、比較例に用いた各成分の詳細及び試験方法、評価を例示するが、本発明の趣旨を逸脱しない限り、これらに限定されるものではない。

10 【0043】以下の材料及び方法で樹脂結合型磁石用組成物及び磁石を製造し、評価した。用いた材料を下記に示す。

【0044】A 磁石粉末

・磁石粉1: Nd-Fe-B 系磁石粉末(平均粒径100 μ m)(商品名: MQP-B、マグネクエンチンターナショナル社製)

・磁石粉2: Sm-Fe-N系磁石粉末(商品名: Sm-Fe-N合金、住友金属鉱山(株)製)

20 ・磁石粉3: Sm-Co系磁石粉末(商品名: RCo_s、住友金属鉱山(株)製)

・磁石粉4: スترونチウムフェライト系磁石粉末(商品名: MA-951、戸田工業(株)製)

B ポリアミド樹脂

・PA1: 一般市販ナイロン(比較例)(商品名: UBE3014U、宇部興産(株)製)(平均分子量18000、末端基未変性、分子量分布2.5)

・PA2: 末端基未変性分子量調整ナイロン(平均分子量8000、末端アミノ基濃度2mg当量/kg)

30 ・PA3: 末端基変性ナイロン(平均分子量10000、末端アミノ基濃度1mg当量/kg)

・PA4: 末端基変性分子量調整ナイロン(平均分子量14000、末端アミノ基濃度3mg当量/kg)

C ポリオレフィン系重合体

・重合体1: ポリエチレン単重合体(分子量1500、平均重合度54)

・重合体2: ポリエチレン単重合体(分子量5000、平均重合度178)

・重合体3: ポリプロピレン単重合体(分子量3000、平均重合度71)

40 ・重合体4: ポリエチレン単重合体(分子量19000、平均重合度678)

次に各成形品の製造方法、評価方法を示すと次のようになる。

【0045】1. 末端基変成ナイロンの作製

宇部興産(株)製ナイロン12(UBE3014U)100重量部に所定の脂肪酸または純水を添加し、万能混合機に投入後250℃、窒素雰囲気1.3気圧中で3時間反応させ、冷却後所望のナイロンを得た。残存末端アミノ基の同定は、滴定法による末端基定量法で行った。

50 数平均分子量はGPC法によって算出した。

【0046】2. 組成物の混合及び作製

それぞれの金属粉全量に、所定の樹脂を所定の比率になるよう添加し（各重量部）、更に滑剤として、金属粉100重量部に対し規定量を加え、プラネタリーミキサー中で十分混合撹拌させた。

【0047】これらにより得られた混合物を20mmφシングル押出機（L/D=25、CR=2.0、回転数=20rpm、5mmφストランドダイ、シリンダー温度200～250℃、ダイス温度230℃にて押し出し、ホットカットペレタイザーにて約5mmφ×5mmのペレットコンパウンドを作製した。

【0048】3. 射出成形方法

これらのペレットコンパウンドを（株）日本製鋼所製磁場中射出成形機（J-20MII）にて横φ10mm×15mmの円柱及び6mm×12mm×2mm試験用樹脂結合型磁石を同一条件（成形温度220～230℃、金型温度100～120℃）にて成形し、得られたこれらの成形品を後述の方法にてそれぞれ評価した。尚、Sm-Fe-Nを使用した時のみ15～20kOeの磁場中金型内にて成形を行った。

【0049】4. 各評価方法

*・熔融流動性評価

JIS K-7210 「流れ試験方法（参考試験）」に準じ、ダイBを使用、荷重30kgf、測定温度250℃にて熔融組成物流れ値Qを求めた。その結果を表1～表5に示す。このQ値が、 100×10^{-3} ml/秒以上になると射出成形性が著しく良くなることが知られている。

・機械強度評価

JIS K-7214 「プラスチックの打抜きによるせん断試験方法」に準じ、ポンチ径は2.97mm、ヘッドスピードは1mm/分、サンプル形状はφ10mm×3mm厚の成形体として、25℃における剪断打ち抜き強さを求めた。その結果を表1～表5に示す。

・磁気特性評価

前記射出成形条件にて得られた樹脂結合型磁石試料の磁気特性を、チオフィー型自記磁束計にて常温で測定した。磁気特性のうち最大磁気エネルギー積（BH）maxの結果を表1～表5に示す。

【0050】

【表1】

20
*

	単 位	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5
組 成	磁石粉 2	重量部	100	100	100	100
	重合体1	重量部	1	—	—	0.5
	重合体2	重量部	—	1	—	—
	重合体3	重量部	—	—	1	—
	重合体4	重量部	—	—	—	0.1
	PA3	重量部	7	7	7	7
評 価 値	熔融流動性Q値	$\times 10^{-3}$ ml/秒	155	141	138	151
	機械強度	MPa	85	79	75	82
	磁気特性（BH）max	MGOe	12.1	12.0	12.0	12.1

【0051】

※ ※ 【表2】

	単 位	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5
組 成	磁石粉 2	重量部	100	100	100	100
	重合体1	重量部	0.5	1.5	2	—
	重合体3	重量部	—	—	—	0.5
	PA3	重量部	7.5	7	6	7.5
評 価 値	熔融流動性Q値	$\times 10^{-3}$ ml/秒	124	169	176	118
	機械強度	MPa	80	78	75	78
	磁気特性（BH）max	MGOe	11.8	12.1	12.1	11.9

【0052】

【表3】

		単 位	実施例 6	実施例 7	実施例 8	実施例 9
組 成	磁石粉 1	重量部	100	—	90	—
	磁石粉 3	重量部	—	100	—	90
	磁石粉 4	重量部	—	—	10	10
	重合体 1	重量部	1	1	1	1
	P A 3	重量部	7	7	7	7
評 価 値	熔融流動性Q値	$\times 10^{-3}$ ml/秒	179	148	170	158
	機械強度	MPa	76	80	85	79
	磁気特性 ((BH)max)	MGOe	6.9	10.1	5.7	8.1

【0053】

* * 【表4】

		単 位	実施例11	実施例12	実施例13	実施例14	実施例15
組 成	磁石粉 2	重量部	100	100	100	100	100
	重合体 1	重量部	1	1	1	1	1
	P A 2	重量部	7	—	1	3.6	2.5
	P A 3	重量部	—	—	6	—	2.5
	P A 4	重量部	—	7	—	3.5	2.0
評 価 値	熔融流動性Q値	$\times 10^{-3}$ ml/秒	172	109	168	140	139
	機械強度	MPa	79	78	83	81	77
	磁気特性 ((BH)max)	MGOe	12.1	12.1	12.1	12.1	12.1

【0054】

※ ※ 【表5】

		単 位	比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4	比較例 5
組 成	磁石粉 1	重量部	—	—	—	100	100
	磁石粉 2	重量部	100	100	100	—	—
	重合体 1	重量部	1	—	—	1	—
	重合体 4	重量部	—	1	—	—	1
	P A 1	重量部	8	—	—	8	—
	P A 3	重量部	—	8	8	—	8
評 価 値	熔融流動性Q値	$\times 10^{-3}$ ml/秒	流動せず	13	98	流動せず	26
	機械強度	MPa	成形不可	43	66	成形不可	49
	磁気特性 ((BH)max)	MGOe	成形不可	9.8	10.2	成形不可	6.5

【0055】表1～表5に示すように、本発明の樹脂結合型磁石用樹脂組成物は、従来混練が難しかった鉄系材料との優れた混合物特性、成形性を提供することができる。

【0056】

【発明の効果】以上のごとく、本発明の樹脂結合型磁石

用樹脂組成物は、末端基を変性し、かつ分子量、分子量分布を限定することで、従来混練が難しかった鉄系材料との優れた混合物特性、成形性を提供することができ、例えば、一般家電製品、通信・音響機器、医療機器、一般産業機器にいたる幅広い分野で有用である。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	ターマコード ¹ (参考)
H 0 1 F 1/08		H 0 1 F 1/08	A

F ターム (参考) 4J002 BB03W BB05W BB06W BB07W
BB12W BB15W BB17W BB25W
CL01X CL03X DC006 FB076
FB086 FB106 FB146 FB156
FB166 FB176 FB206 FB216
FB266 FD030 FD090 FD170
GQ00
4K018 BA05 BA18 BD01 CA09 GA04
KA46
5E040 AA03 AA06 BB04 CA01 NN04
NN06